

Союз Советских
Социалистических
Республик



Комитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

к авторскому свидетельству

327202

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 16.VII.1970 (№ 1462510/23-4)

М. Кл. C 07d 51/78

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 26.I.1972. Бюллетень № 5

УДК 547.863.1.07
(088.8)

Дата опубликования описания 28.III.1972

Авторы
изобретения

С. И. Бурмистров, Н. Е. Кульчицкая и В. Д. Романенко

Заявитель

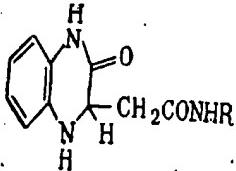
Днепропетровский химико-технологический институт
им. Дзержинского

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АРИЛАМИДОВ (1,2,3,4-ТЕТРАГИДРООКСИХИНОКСАЛИЛ-2)-УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

1
Изобретение относится к новому способу получения новых соединений, содержащих кетотетрагидрохиноксалиновый цикл и являющихся производными хиноксалина. Предлагаемые соединения могут найти применение в фармацевтической и химической промышленности.

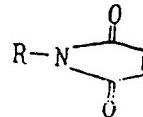
Известен способ получения аналогичных кетотетрагидрохиноксалинов, например 1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2 - карбоксанилида, путем восстановления 3-гидроксихиноксалил-2-карбоксанилида дитионитом натрия в водном этаноле при нагревании в течение 1,5 час и выделения целевого продукта известными приемами. Выход продукта составляет 70—90%.

Предлагается способ получения ариламидов (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2) - уксусной кислоты формулы



где R — фенил, *n*-толил, *o*-нитрофенил, бензил, *n*-метоксифенил, 2-метокси-5-хлорфенил, кото-

рый заключается в том, что легкодоступные N-ариламиды маленновой кислоты формулы



где R имеет указанное значение, подвергают взаимодействию с ароматическими *o*-диамиами в среде растворителя, например водного этилового спирта, при температуре около 100°C в течение 1—2 час. Целевой продукт выделяют известными приемами с выходом 70—85%.

Пример. Получение ариламида (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты.

В колбе с обратным холодильником и мешалкой растворяют при нагревании на водяной бане 10,8 г (0,1 г-моль) *o*-фенилендиамина в 300 мл воды и при перемешивании добавляют горячий раствор 17,3 г (0,1 г-моль) N-фенилмаленимида в 100 мл этилового спирта.

Образующийся целевой продукт мало растворим в водном этаноле и кристаллизуется в виде чуть желтоватых иголочек из горячего раствора. После 1,5—2 час нагревания на кипящей водяной бане реакционную массу охлаждают, выпавшее вещество отделяют фильт-

трованием, промывают на фильтре водой, сушат. Получают продукта 22 г (79% от теоретического), т. пл. 220—223°C.

Найдено, %: С 68,00; Н 6,70; N 15,19.
 $C_{16}H_{13}N_3O_2$.

Вычислено, %: С 68,31; Н 5,37; N 14,94.
 Аналогично получены и другие соединения, выходы, температуры плавления и результаты элементарного анализа которых приведены в таблице.

Соединение	A	Выход, %	Т. пл., °C	Брутто-формула	Результаты анализов					
					Углерод, %		Водород, %		Азот, %	
					найдено	вычис-лено	найдено	вычис-лено	найдено	вычис-лено
Анилид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты*	Фенил	79	220—223	$C_{16}H_{16}N_3O_2$	68,00	68,31	6,70	5,37	15,19	14,94
<i>n</i> -Толиламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	<i>n</i> -Толил	72	251—253	$C_{17}H_{17}N_3O_2$	69,24	69,13	5,74	5,80	14,52	14,23
<i>o</i> -Нитрофениламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	<i>o</i> -Нитрофенил	85	208—209	$C_{10}H_{14}N_4O_4$	59,10	58,89	4,82	4,32	17,20	17,17
Бензиламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	Бензил	75	244—245	$C_{11}H_{11}N_3O_2$	69,15	69,13	6,05	5,80	14,28	14,23
<i>p</i> -Метоксамид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	<i>p</i> -Метокси-фенил	70	210—213	$C_{11}H_{11}N_3O_3$	—	65,68	—	5,50	13,45	13,50
2-Метокси-5-хлорфениламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	2-Метокси-5-хлор-фенил	78	214—216	$C_{17}H_{16}N_3O_3Cl$	—	59,04	—	12,20	12,20	12,15

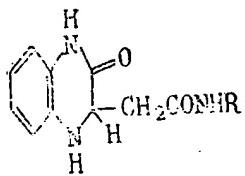
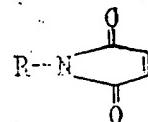
* Соединение выкристаллизовано из этилового спирта, остальные — из бутылового спирта.

Предмет изобретения

1. Способ получения ариламидов (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты общей формулы

подвергают взаимодействию с N-арилимидаами малениковой кислоты формулы

10



где R — фенил, *n*-толил, *o*-нитрофенил, бензил, *p*-метоксифенил, 2-метокси-5-хлорфенил, отличающийся тем, что ароматические о-диамины

15 где R — имеет указанное значение, в среде органического растворителя с последующим выделением целевого продукта известными приемами.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что процесс проводят при температуре около 100°C.

Составитель Л. Рубан

Редактор Е. Хорина

Техрд З. Тараненко

Корректор И. Шматова

Заказ 666/11

Изд. № 291 Тираж 448 Подпись

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР

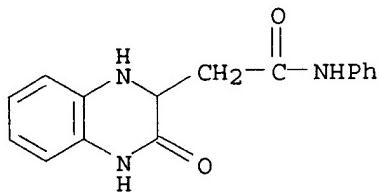
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2

ANSWER 9 OF 9 CAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN
 ACCESSION NUMBER: 1972:405524 CAPLUS
 DOCUMENT NUMBER: 77:5524
 TITLE: (1,2,3,4-Tetrahydro-3-Oxo-2-quinoxalyl)acetic acid
 arylamides
 INVENTOR(S): Burmistrov, S. I.; Kul'chitskaya, N. E.; Romanenko, V. D.
 PATENT ASSIGNEE(S): Dzerzhinskii, F. E., Chemical-Technological Institute, Dnepropetrovsk
 SOURCE: U.S.S.R. From: Otkrytiya, Izobret., Prom. Tovarnye Znaki 1972, 49(5), 70-1.
 CODEN: URXXAF
 DOCUMENT TYPE: Patent
 LANGUAGE: Russian
 FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1
 PATENT INFORMATION:

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
SU 327202		19720126	SU	19700716

- GI For diagram(s), see printed CA Issue.
 AB The title compds. (I, R = Ph, p-tolyl, o-nitrophenyl, benzyl, p-methoxyphenyl, 2-methoxy-5-chlorophenyl) were prepared by treating aromatic o-diamines with maleic acid N-arylamides in an organic solvent at 100°.
 IT 36932-40-8P 36932-43-1P
 RL: SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation)
 (preparation of)
 RN 36932-40-8 CAPLUS
 CN 2-Quinoxalineacetamide, 1,2,3,4-tetrahydro-3-oxo-N-phenyl- (9CI) (CA INDEX NAME)



RN 36932-43-1 CAPLUS
 CN 2-Quinoxalineacetamide, 1,2,3,4-tetrahydro-3-oxo-N-(phenylmethyl)- (9CI)
 (CA INDEX NAME)

